



ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

266 759

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.
G 01 N 25/20

(21) PV 4101-88.Q

(22) Přihlášeno 13 06 88

(40) Zveřejněno 11 04 89

(45) Vydáno 29 06 90

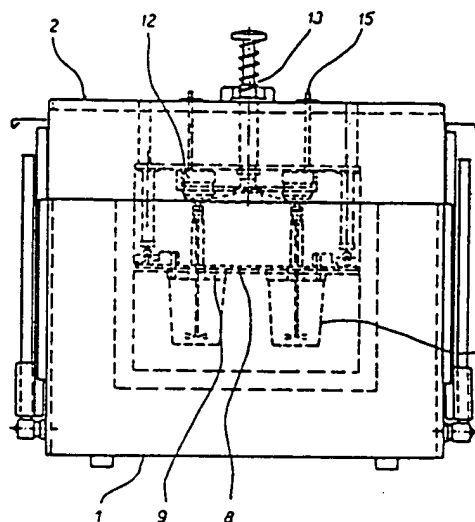
(75)
Autor vynálezu

VELICH VRATISLAV Ing. CSc.,
HRNČIŘ VILÉM, PARDUBICE

(54)

Zařízení pro současnou termochemickou
a potenciometrickou kvantitativní
analýzu

(57) Zařízení pro současnou termochemickou a potenciometrickou kvantitativní analýzu je tvořeno duplikátorovou nádobou, uloženou v tepelně izolační hmotě. Pláštěm duplikátorové nádoby protéká kapalina z kapalino-
vého termostatu a v duplikátorové nádobě je umístěna izolační hmota minimálně do výše reakčních nádobek a zásobních nádobek, které jsou v ní uloženy a dotýká se krycí desky. Na spodní straně krycí desky jsou teflonové kryty reakčních nádobek, ve kterých jsou upevněna teplotní čidla, kalibrační odporová tělíska, dávkovače vzorků a míchadla. Zařízení pro termochemickou kvantitativní analýzu může být použito ve všech chemických oborech, ve farmacii, biochemii, klinické analýze, hutnictví a technologii stavebních hmot.



OBR 1

COVENTRY LIBRARY

JUL 01 1989

PAT TM OFFICE

CS 266759 B1

Vynález se týká zařízení pro současnou termochemickou a potenciometrickou kvantitativní analýzu, které je tvořeno reakčními nádobkami s víky, ve kterých jsou umístěna teplotní čidla, míchadla a kalibrační odporová tělíska a reakční nádoby jsou uloženy v termostatické vaně.

Známa zařízení pro termochemickou kvantitativní analýzu jsou tvořena jednou nebo dvěma reakčními nádobkami, které jsou uloženy v tepelně izolačním obalu /Dewarova nádoba/, který je umístěn ve vaně s termostatovanou lázní. Reakční nádoby jsou opatřeny víkem, ve kterém jsou umístěna teplotní čidla, míchadla a kalibrační odporová tělíska. Nevýhodou těchto zařízení je většinou jednoúčelovost, umožňující pracovat buď kalorimetrickou technikou nebo titrační technikou. Při zařízeních s jednou nádobkou je navíc nutno zajistit, aby reakční roztok a vnášené činidlo měly stejnou teplotu, což je velmi obtížné. Je třeba zajistit přesné měření teploty obou reakčních roztoků a zavádět korekce. Korekce je třeba zavádět i na teplo, dodané do reakčního roztoku mícháním a vlastním ohřevem teplotního čidla, dále je třeba zavádět korekce na vypařování rozpouštědla, na výměnu tepla mezi reakční nádobkou a okolím, zavádět korekce na teplo způsobené zředováním činidla i reakčního roztoku, mohou být exotermická i endotermická a korekce na vzrůst tepelné kapacity soustavy. Použitím vlastní termostatované lázně se celé zařízení značně prodražuje, neboť udržování konstantní teploty okolí musí být dokonalé. Všechna dosud známá zařízení pak neumožňují současně potenciometrické sledování probíhajících reakcí. Značné problémy jsou i u zdvojených zařízení, kdy známá řešení používají jednoho motorku k míchání obou nádobek, což neumožňuje úpravou otáček míchadel v obou nádobkách ovlivňovat předreakční děj kalorimetru.

Uvedené nevýhody podstatně snižuje zařízení pro současnou termochemickou a potenciometrickou kvantitativní analýzu tvořené reakčními nádobkami, které jsou uloženy v termostatické vaně, podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že termostatickou vanu tvoří duplikátorová nádoba, která je umístěna v tepelně izolační hmotě, přičemž v duplikátorové nádobě je umístěna izolační hmota minimálně do výše reakčních nádobek a zásobních nádobek, které jsou v ní uloženy a dotýká se krycí desky, na jejíž spodní straně jsou teflonové kryty reakčních nádobek, ve kterých jsou upevněna teplotní čidla, kalibrační odporová tělíska, dávkovače vzorků a míchadla. Tepelně izolační hmota je tvořena pěnovým polystyrenem nebo pěnovou fenolformaldehydovou pryskyřicí. Kalibrační odporové tělísko je skleněná kombinovaná elektroda pro sledování acidobasických reakcí nebo dvojice elektrod pro sledování redox-reakcí. Míchadla jsou připojena k samostatným motorkům s možností regulace jejich otáček. Každá reakční nádoba je opatřena vlastním dávkovačem vzorků s pístovým mechanismem.

Výhodou zařízení podle vynálezu je, že použitím zdvojeného uspořádání kalorimetru lze dosáhnout přesnějších výsledků analýz kompenzací celé řady nechemických dějů i bez použití výpočetní techniky. Využitím komerčních laboratorních termostatů, které jsou dostupné v každé laboratoři, k temperování kalorimetru, dochází k značnému zlevnění výrobních nákladů. Zdvojené uspořádání neklade takové nároky na stejnou teplotu reakčních roztoků a činidel, což urychluje měření. Možnost současně termometrického a potenciometrického sledování reakcí přináší celou řadu výhod: jedná se o dvě zcela nezávislé metody, které můžeme sledovat během jediného pokusu. Reakční teplo je lineárně závislé na koncentraci reagujících látek, zatímco závislost potenciálu elektrody na koncentraci reagujících látek je logaritmická. Řada acidobazických reakcí se sleduje lépe termometricky než potenciometricky, u některých reakcí se obě metody vhodně doplňují.

266759

Příklad možného uspořádání zařízení podle vynálezu je uveden na připojených výkresech, kde obr. 1 značí zařízení v celkovém pohledu, obr. 2 řez zařízením v bokoryse a obr. 3 zařízení se zvednutým víkem.

Jak je patrné z obr. 1, 2 a 3 zařízení pro současnou termochemickou a potenciometrickou kvantitativní analýzu je tvořeno kovovou nádobou 1 a víkem 2, které jsou opatřeny tepelně izolační hmotou 3. Duplikátorová nádoba 4 je umístěna v tepelně izolační hmotě 3 a je naplněna izolační hmotou 5 do výše reakčních nádobek 6 a zásobních nádobek 7, které jsou v ní uloženy. Izolační hmota 5 se dotýká krycí desky 8, na jejíž spodní straně jsou teflonové kryty 9 reakčních nádobek 6, ve kterých jsou upevněna míchadla 11 a dávkovače 10 vzorků. Míchadla 11 jsou napojena na motorky 12. Dávkovače 10 vzorků jsou opatřeny pístovým mechanismem 13. Na víku 2 jsou umístěny sběrnice 14 kabelů a průchody 15.

Příkladem provedení je zařízení pro současnou termochemickou a potenciometrickou kvantitativní analýzu, tvořené kovovou nádobou 1 o rozměrech 46x35x29 cm a víkem 2 o výšce 11 cm. Kovová nádoba 1 a víko 2 jsou opatřeny tepelně izolační hmotou 3 z pěnového polystyrenu nebo z pěnové fenolformaldehydové pryskyřice. Duplikátorová nádoba 4 je tvořena kovovou nádobou o rozměrech 28x19,5x21 cm, jejíž pláštěm protéká voda z laboratorního externího termostatu. Duplikátorová nádoba 4 je vyšší o 7 cm než je výška tepelně izolační hmoty 5 a je tedy dokonale zajištěna i konstantní teplota vzduchového prostoru nad reakčními nádobkami 6.

Ve víku 2 s tepelně izolační hmotou 3 je zajištěn průchod kabelů od teplotních čidel, motorků 12, míchadel 11, odporových kalibračních tělísek a kombinované elektrody do sběrnice 14 kabelů. Tím je zajištěno udržování konstantní teploty okolí zařízení podle vynálezu.

Na víku 2 jsou umístěny dva průchody 15 pro napojení vzduchovacích motorků pro vystříkávání ponorných pipetek u metody přímé vstřikovací enthalpiometrie. V případě použití zařízení podle vynálezu pro současnou termometrické a potenciometrické titrace se těmito průchody protáhnou hadičky pro dávkování činidla do reakčních nádobek 6 z automatické byrety. V reakčních nádobkách 6 je umístěna vhodná kombinovaná elektroda pro měření pH nebo indikační cínitová elektroda se srovnávací kalomelovou elektrodou pro sledování redox-reakcí, která umožňuje současně s termometrickou titrační křivkou sledovat i potenciometrickou křivku.

Obě motorky 12 pro pohon míchadel 11 mají oddělenou regulaci otáček, kterou lze ovlivňovat ustalování optimálního průběhu předreakční periody. Použitím techniky zdvojeného zařízení, kdy teplota čidla v reakčních nádobkách 6 jsou připojena k diferenciálnímu odporovému můstku, dochází ke kompenzaci řady nechemických efektů /míchání, vlastní ohřev termistorů, vypařování rozpouštědla, mísení roztoků, nestejná teplota reakčních roztoků a činidel, vzrůst tepelné kapacity soustavy/, přičemž nestejná výměna tepla mezi reakčními nádobkami 6 a okolím se kompenzuje buď regulací otáček míchadel v reakčních nádobkách 6 nebo nepatrným ohřevem nebo ochlazením reakčního roztoku v reakční nádobce 6.

Jako dávkovače 10 vzorků byly použity injekční stříkačky, které se vyprazdňují společně pístovým mechanismem. Při výměně teplotních čidel, odporových tělísek, elektrod nebo dávkovače 10 vzorků lze krycí desku 8 sklopit, jak je naznačeno na obr. 2.

Zařízení podle vynálezu může být použito k současně termochemické a potenciometrické kvantitativní analýze ve všech chemických oborech, ve farmacii, biochemii, hutnictví a technologii stavebních hmot.

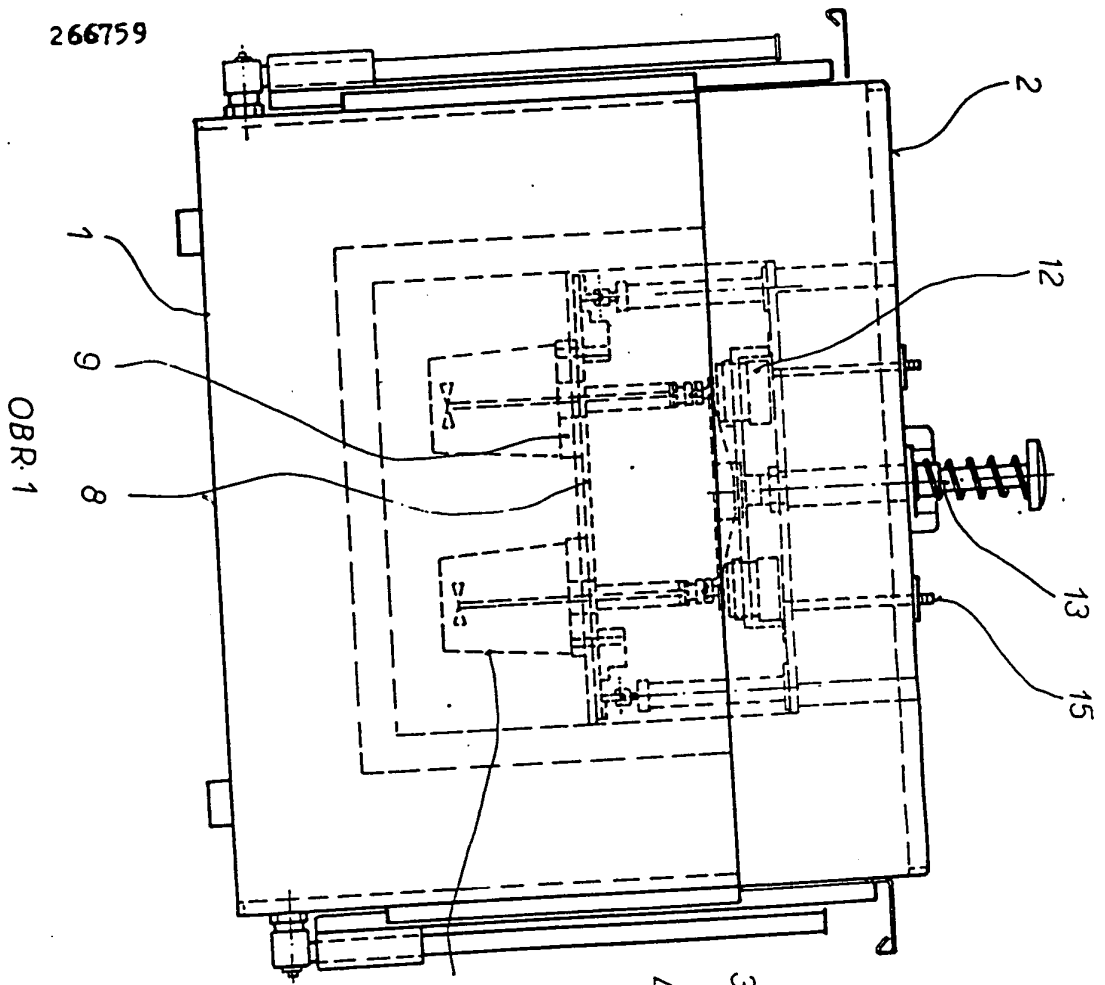
Zařízení pro současnou termochemickou a potenciometrickou kvantitativní analýzu pracuje následujícím způsobem. Do jedné z reakčních nádobek 6 se umístí rozpouštědlo se zkoumanou látkou a do druhé reakční nádoby 6 se dávkuje r zpouštědlo. Obsah obou reakčních nádobek 6 se vytemperuje v laboratorním externím termostatu. Po vytemperování se obě reakční nádoby 6 vloží do duplikátorové nádoby 4 a po ustálení chodu zařízení podle vynálezu se do reakčních nádobek 6 dávkují příslušné činidlo, například roztok diazoniové soli v případě, že jako zkoumaná látka je použita vhodná pozitivní kopulační složka. Po vnesení činidla lze na připojeném registračním zařízení registrovat současný záznam termochemické a potenciometrické křivky.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

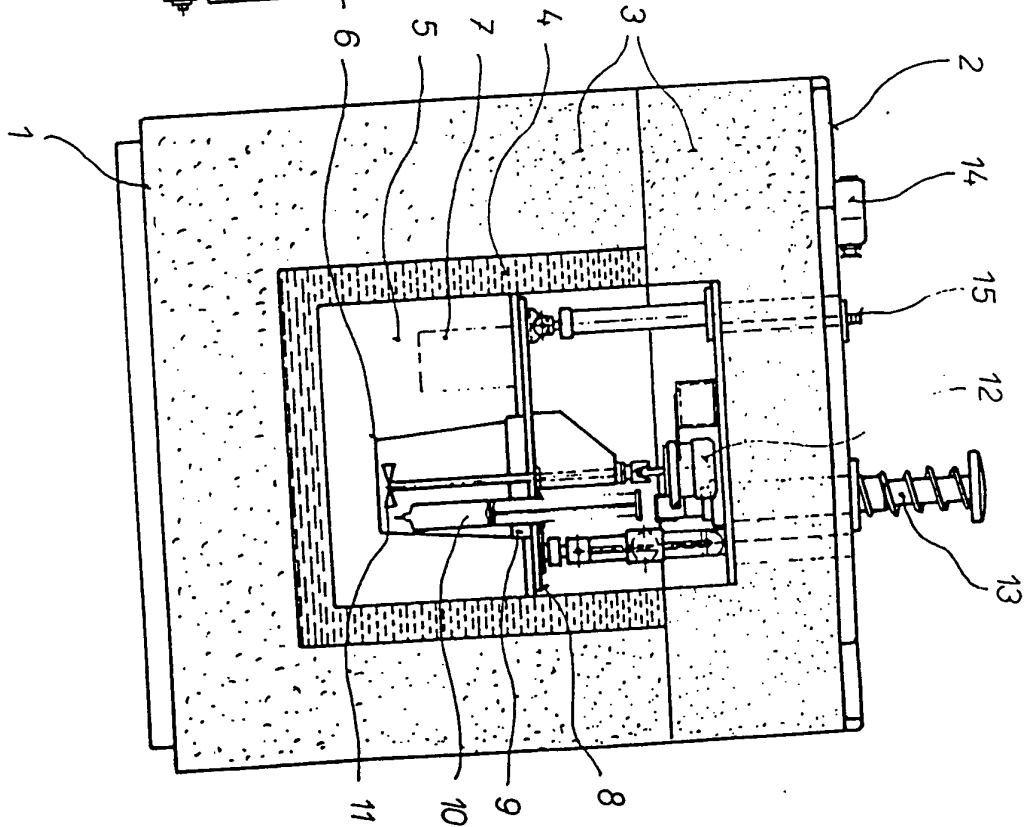
1. Zařízení pro současnou termochemickou kvantitativní analýzu je tvořeno reakčními nádobkami s víky, ve kterých jsou umístěna teplotní čidla, míchadla a kalibrační odporová tělíska a reakční nádoby jsou uloženy v termostatické vaně, vyznačující se tím, že termostatickou vanu tvoří duplikátorová nádoba /4/, která je umístěna v tepelně izolační hmotě /3/, přičemž v duplikátorové nádobě /4/ je umístěna izolační hmota /5/ minimálně do výše reakčních nádobek /6/ a zásobních nádobek /7/, které jsou v ní uloženy a dotýká se krycí desky /8/, na jejíž spodní straně jsou teflonové kryty /9/ reakčních nádobek /6/, ve kterých jsou upevněna teplotní čidla, kalibrační odporová tělíska, dávkovače /10/ vzorků a míchadla /11/.
2. Zařízení podle bodu 1 vyznačující se tím, že tepelně izolační hmota /3, 5/ je tvořena pěnovým polystyrenem nebo pěnovou fenolformaldehydovou pryskyřicí.
3. Zařízení podle bodu 1 vyznačující se tím, že kalibrační odporové tělísko je skleněná kombinovaná elektroda nebo dvojice elektrod.
4. Zařízení podle bodu 1 vyznačující se tím, že míchadla /11/ jsou připojena k samostatným motorkům.
5. Zařízení podle bodu 1 vyznačující se tím, že každá reakční nádoba /6/ je opatřena vlastním dávkovačem /10/ vzorků s pístovým mechanismem /13/.

2 v ý k r e s y

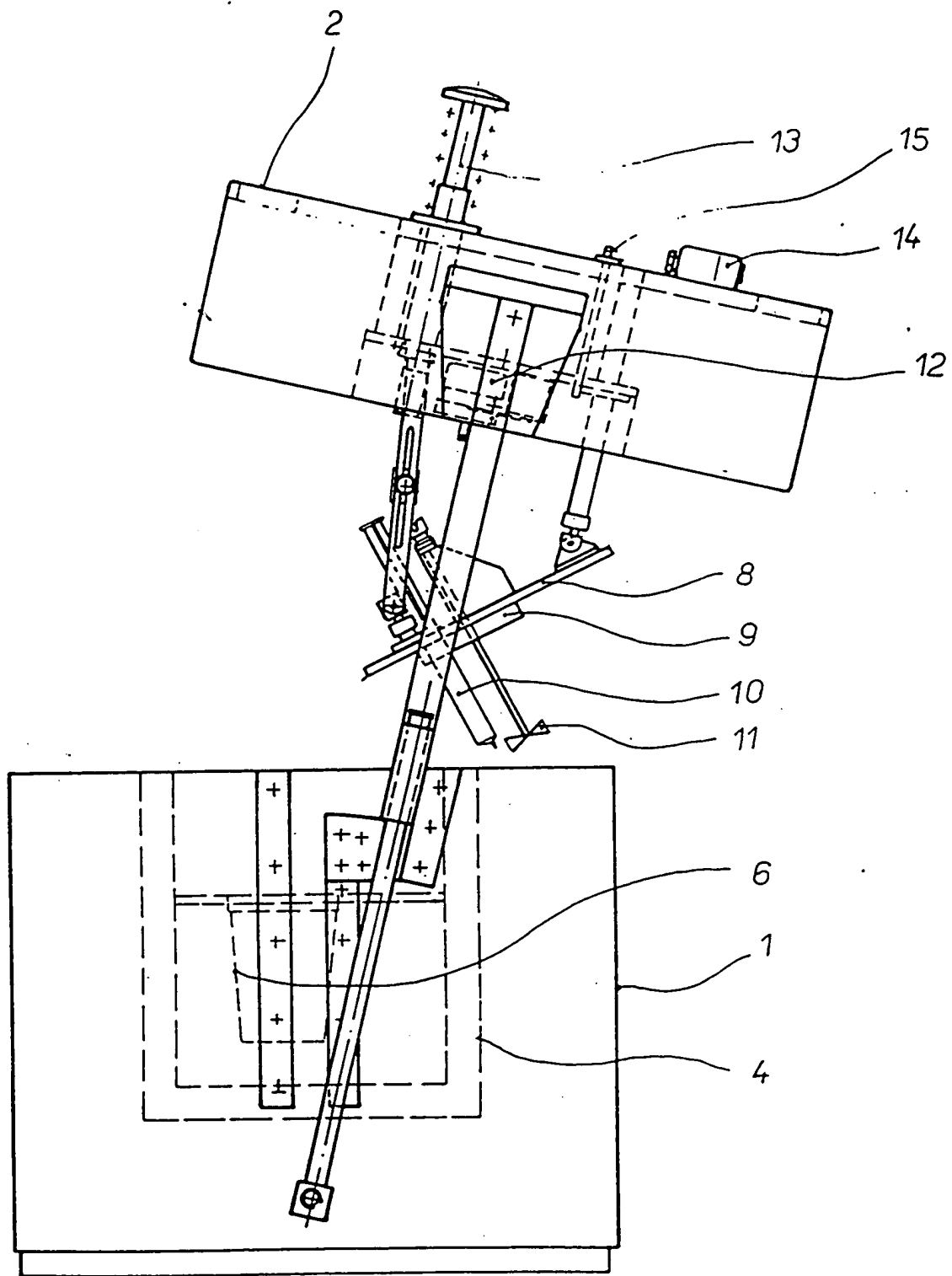
266759



OBR 1



OBR 2



OBR. 3

L21 ANSWER 120 OF 173 CA COPYRIGHT 2001 ACS

AN 114:156410 CA

TI Device for simultaneous thermochemical and potentiometric quantitative analysis

IN Velich, Vratislav; Hrncir, Vilem

PA Czech.

SO Czech., 6 pp. CODEN: CZXXA9

PI CS 266759 B1 19900112 CS 1988-4101 19880613

AB The described twin reactor, for parallel differential enthalpimetry and quant. potentiometry, consists of 2 vessels with lids, temp. sensors, independently controlled stirrers, calibration resistors, electrodes, and injection meters, placed in heat-insulation material which covers also the containers for reactants, and is provided with a thermostat jacket for the circulating medium inside the insulation. Nonchem. heat effects in both vessels may be compensated by stirring or elec. heating. The app. was used in kinetic measurements of coupling reactions for diazonium salts.